

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

***IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE***

Applicant: Shigeru UNAMI et al.  
Title: SINTERED BODY AND PRODUCTION METHOD THEREOF  
Appl. No.: Unassigned  
Filing Date: 01/16/2004  
Examiner: Unassigned  
Art Unit: Unassigned

**CLAIM FOR CONVENTION PRIORITY**

Commissioner for Patents  
PO Box 1450  
Alexandria, Virginia 22313-1450

Sir:

The benefit of the filing date of the following prior foreign application filed in the following foreign country is hereby requested, and the right of priority provided in 35 U.S.C. § 119 is hereby claimed.

In support of this claim, filed herewith is a certified copy of said original foreign application:

- JAPAN Patent Application No. 2003-009483 filed 01/17/2003.

Respectfully submitted,

Date January 16, 2004

By



FOLEY & LARDNER  
Customer Number: 22428  
Telephone: (202) 672-5414  
Facsimile: (202) 672-5399

Richard L. Schwaab  
Attorney for Applicant  
Registration No. 25,479

日本国特許庁  
JAPAN PATENT OFFICE

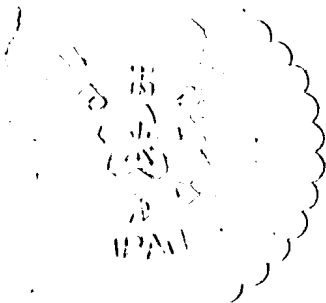
別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日 2003年 1月17日  
Date of Application:

出願番号 特願2003-009483  
Application Number:  
[ST. 10/C]: [JP 2003-009483]

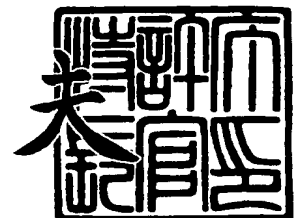
出願人 JFEスチール株式会社  
Applicant(s): 日産自動車株式会社



2003年11月17日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

今井 康





【書類名】 特許願

【整理番号】 NM02-02644

【提出日】 平成15年 1月17日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 B22F 3/00

B22F 3/12

【発明者】

【住所又は居所】 千葉県千葉市中央区川崎町 1 番地 川崎製鉄株式会社内

【氏名】 宇波 繁

【発明者】

【住所又は居所】 千葉県千葉市中央区川崎町 1 番地 川崎製鉄株式会社内

【氏名】 上ノ菌 聡

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県横浜市神奈川区宝町 2 番地 日産自動車株式会社内

【氏名】 馬淵 豊

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県横浜市神奈川区宝町 2 番地 日産自動車株式会社内

【氏名】 藤木 章

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県横浜市神奈川区宝町 2 番地 日産自動車株式会社内

【氏名】 前川 幸広

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県横浜市神奈川区宝町 2 番地 日産自動車株式会社内

【氏名】 村田 貴志

**【特許出願人】****【識別番号】** 000001258**【氏名又は名称】** 川崎製鉄株式会社**【特許出願人】****【識別番号】** 000003997**【氏名又は名称】** 日産自動車株式会社**【代表者】** カルロス ゴーン**【代理人】****【識別番号】** 100102141**【弁理士】****【氏名又は名称】** 的場 基憲**【電話番号】** 03-5840-7091**【手数料の表示】****【予納台帳番号】** 061067**【納付金額】** 21,000円**【提出物件の目録】****【物件名】** 明細書 1**【物件名】** 図面 1**【物件名】** 要約書 1**【包括委任状番号】** 9810101**【プルーフの要否】** 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 焼結部材及びその製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 焼結組織における金属粉末の最長径が  $100\ \mu\text{m}$  以下であると共に、 $0.05\sim 1.0$  質量%の C を含有していることを特徴とする焼結部材。

【請求項 2】 粒子径が  $75\ \mu\text{m}$  以下の金属粉末に起因する焼結組織を有すると共に、 $0.05\sim 1.0$  質量%の C を含有していることを特徴とする焼結部材。

【請求項 3】 粒子径が  $75\ \mu\text{m}$  以下の金属粉末と、 $0.1\sim 1.0$  質量%の黒鉛粉末と、 $0.05\sim 0.80$  質量%の成形用潤滑剤を含有する粉末混合体を用いて成ることを特徴とする焼結部材。

【請求項 4】 熱処理が施してあることを特徴とする請求項 1～3 のいずれか 1 つの項に記載の焼結部材。

【請求項 5】 サイレントチェーン用スプロケットの少なくとも歯部に適用されていることを特徴とする請求項 1～4 のいずれか 1 つの項に記載の焼結部材。

【請求項 6】 内燃機関用強度部材であることを特徴とする請求項 1～4 のいずれか 1 つの項に記載の焼結部材。

【請求項 7】 請求項 1～6 のいずれか 1 つの項に記載の焼結部材を製造するに当たり、粒子径が  $75\ \mu\text{m}$  以下の金属粉末と、 $0.1\sim 1.0$  質量%の黒鉛粉末と、 $0.05\sim 0.80$  質量%の成形用潤滑剤を含有する粉末混合体を圧縮成形した後、焼結することを特徴とする焼結部材の製造方法。

【請求項 8】 上記金属粉末が鉄基粉末と合金用粉末から成ることを特徴とする請求項 7 記載の焼結部材の製造方法。

【請求項 9】 上記金属粉末が造粒されており、その一次粒子径が  $75\ \mu\text{m}$  以下であって、二次粒子径が  $180\ \mu\text{m}$  以下であることを特徴とする請求項 7 又は 8 に記載の焼結部材の製造方法。

【請求項 10】 上記粉末混合体を  $100^\circ\text{C}$  以上に加熱した状態で圧縮成形



を行うことを特徴とする請求項 7～9 のいずれか 1 つの項に記載の焼結部材の製造方法。

【請求項 11】 120℃以上に加熱した金型を用いて圧縮成形を行うことを特徴とする請求項 10 記載の焼結部材の製造方法。

【請求項 12】 圧縮成形に際して、金型に潤滑剤を塗布することを特徴とする請求項 7～11 のいずれか 1 つの項に記載の焼結部材の製造方法。

【請求項 13】 上記粉末混合体からなる圧縮成形体を 1180℃以上で焼結することを特徴とする請求項 7～12 のいずれか 1 つの項に記載の焼結体部材の製造方法。

【請求項 14】 焼結後に熱処理を施すことを特徴とする請求項 7～13 のいずれか 1 つの項に記載の焼結体部材の製造方法。

#### 【発明の詳細な説明】

##### 【0001】

##### 【発明の属する技術分野】

本発明は、焼結金属部品を製造するための粉末冶金技術に係わり、さらに詳しくは、疲労強度や耐摩耗性に優れ、このような性能特性が要求される、例えばサイレントチェーン用焼結スプロケットや、コネクティングロッド、ピストンピン、ロッカーアームなどのような内燃機関用強度部材などに好適に用いられる焼結部材と、このような焼結金属部品を安価に製造することができる焼結部材の製造方法に関するものである。

##### 【0002】

##### 【従来の技術】

従来、焼結金属製品、例えば焼結歯車における強度改善技術としては、混合粉末の圧縮成形を温間で行うことによって圧粉体の緻密化を図ると共に、焼結温度を高くすることによって粒子同士の結合強度を高め、浸炭や高周波焼入れ等の熱処理と組み合わせることによって焼結体の強度をさらに向上し、歯車の耐摩耗性を向上する技術が知られている（例えば、特許文献 1 参照）。

##### 【0003】

##### 【特許文献 1】

特開 2001-295916 号公報

## 【0004】

## 【発明が解決しようとする課題】

しかしながら、上記の手法を適用したとしても、焼結部材の強度が必要とする強度や耐摩耗性に至らない場合のあることが多くの実験を通じて明確になってきている。

例えば、上記特許文献 1 によれば、サイレントチェーン用スプロケットの歯部の摩耗は、衝撃入力と滑り機構により、焼結体内の空孔が連結し進行するとしており、歯部の耐摩耗性を向上するために、成形時の密度をいかに高めて粒子間の隙間となる空孔サイズを抑えるか、また成形後の焼結による粒子間強度をいかに高めるか、さらには焼結後の歯部表面の硬さをいかに高めるかに主眼が置かれている。しかしながら、耐摩耗性をさらに向上するためには、この空孔サイズそのものをさらに小さくしたり、粒子同士の接触をさらに増やして粒子間強度を向上させたりする手法が要求されている。

## 【0005】

本発明は、焼結部材の強度や耐摩耗性を改善する上での上記課題に着目してなされたものであって、疲労強度及び耐摩耗性に優れ、例えばサイレントチェーン用スプロケット、内燃機関用コネクティングロッド、ピストンピン等に好適に用いられる焼結部材と、粒子間の空孔サイズを効果的に小さくし、かつ粒子間の接点数、接触面積率を増やして、亀裂の生成及び進展を効果的に抑制することができ、強度や耐摩耗性に優れた上記のような焼結部材を安価に製造することができる焼結部材の製造方法を提供することを目的としている。

## 【0006】

## 【課題を解決するための手段】

焼結部材の強度、特に疲労強度を向上する方法については、従来、焼結体の密度向上に主眼を置き、成形及び焼結を複数回繰り返すという比較的成本を要する方法、あるいは、上記したように、成形時の温度や焼結時の温度を高めるといった比較的低コストな手法が提案されている。

しかしながら、後者の手法では、比較的安価な方法であるものの、強度向上に

限界があることがこれまで実験や解析を重ねることによって明らかになってきている。

#### 【0007】

疲労強度を向上する方策としては、焼結体内の空孔径を抑える方法と、空孔が連結し亀裂に成長する過程において、亀裂の伝播を抑制する指標として粒子間強度を高める方法が挙げられるが、従来の手法はいずれも成形または焼結手法に関する改善に留まっており、必ずしも効率的な手法ではないことがわかってきた。

すなわち、本発明者は、上記目的の達成に向けて、多くの実験やその解析を重ねた結果、粒子同士の隙間としての空孔は、成形時における粒子間の近接化とは別に、粒径の小さい原料粉を用いることによって大幅に縮小されることを明らかにすると共に、粒径の小さい粒子を用いることで粒子の表面積が増大し、焼結時の拡散が促されるため、粒子間強度の向上にも有効に作用することを見出すに至った。

#### 【0008】

一般に、原料粉末の平均粒径が小さくなるにつれて成形性が悪化する傾向があるが、金型を直接潤滑剤で潤滑する金型潤滑法や、粉末と金型温度を高めて成形性を改善する温間成形法と組み合わせることにより、このような成形性の課題についても容易に改善されることを見出すに至った。

さらに、焼結時の温度を1180℃以上に高めることによって、粒子径が小さいことによる拡散駆動力が高い利点が活かされ、これまでにない高疲労強度の焼結部材が得られることが、上記実験を通じて明らかとなった。

#### 【0009】

本発明は上記知見に基づくものであって、本発明の焼結部材は、焼結組織における金属粉末の最長径が100 $\mu$ m以下であって、0.05～1.0質量%のCを含有している構成、または粒子径が75 $\mu$ m以下の金属粉末に起因する焼結組織を備え、0.05～1.0質量%のCを含有している構成、さらには75 $\mu$ m以下の粒子径を有する細粒金属粉末と、0.1～1.0質量%の黒鉛粉末と、0.05～0.80質量%の成形用潤滑剤を含有する粉末混合体を用いて成る構成としたことを特徴としている。

なお、本発明の焼結部材において、「最長径」とは、金属粉末における最も長い方向の寸法を言うものとし、「金属粉末」には、複数個の金属粉末が焼結により一体化したものも含めるものとする。

#### 【0010】

また、本発明の製造方法は、上記焼結部材の製造に好適に用いることができ、粒子径が $75\mu\text{m}$ 以下の金属粉末と、 $0.1\sim 1.0$ 質量%の黒鉛粉末と、 $0.05\sim 0.80$ 質量%の成形用潤滑剤を含有する粉末混合体を圧縮成形した後、焼結することを特徴としている。

#### 【0011】

##### 【発明の実施の形態】

以下、本発明について詳細に説明する。なお、本明細書において「%」は、特記しない限り質量百分率を表わすものとする。

#### 【0012】

本発明の製造方法においては、上記したように、微粉金属材料、すなわち粒子径が $75\mu\text{m}$ 以下の金属粉末と、 $0.1\sim 1.0$ %の黒鉛粉末と、 $0.05\sim 0.80$ %の成形用潤滑剤を含有する粉末混合体を用いるようにしている。

このとき、金属粉末中に $75\mu\text{m}$ を超えるものが含まれていると、焼結の駆動力が弱くなって、隣接する金属粉末との間に粗大な空孔が形成されてしまう。また、とくにNiやMoなどの合金材粉末と鉄基粉末との予混合粉末を使用した場合には、焼結に際して鉄基粉末の中心にまで合金元素が十分に拡散しないことから、焼結体の強度をさらに高めるための熱処理、例えばガス浸炭焼入れ、光輝焼入れ、高周波焼入れ等の処理を施したとしても十分な焼入れ性が得られず、粗大で比較的軟らかいフェライト組織、あるいはパーライト組織になってしまう。このような粗大空孔や軟らかい粗大組織は、いずれも疲労破壊の起点となり得ることから、疲労強度が低下することになる。

#### 【0013】

上記金属粉末としては、目的性能に応じて炭素鋼や合金鋼など種々の組成のものを使用することになるが、合金成分を含有する場合には、目的組成の鋼を溶解して粉末化した完全合金化鋼粉や、鉄粒子の周囲に合金用金属粒子を拡散接合し

た部分拡散合金化鋼粉、各種成分の鋼粉や合金粉、さらには部分拡散合金化鋼粉などを目的組成にブレンドした混合粉末を用いることができる。

このとき、鉄基粉末（例えばアトマイズした純鉄粉など、鉄含有量が90%以上のもの）と、合金鉄や金属粉（例えば、Ni, Cu, Moなど）の合金用粉末との混合粉末、あるいはこれらの部分拡散合金化鋼粉を使用することが望ましく、予め合金化された完全合金化鋼粉を使用する場合に比べて、成形性に優れたものとすることができる。

#### 【0014】

さらに、上記金属粉末は、例えばアルミナゾルや水ガラスなどのバインダによって、あるいは加熱による拡散接合によって造粒され、 $75\mu\text{m}$ 以下の粒子径の金属粉末を一次粒子として、二次粒子の径が $180\mu\text{m}$ 以下となっていることが望ましい。すなわち、造粒することによって、見かけの粒径が増大し、材料粉末の流動性を改善することができ、金型への充填性や寸法のばらつきを改善することができる。このような金属粉末を用いた焼結体の機械的特性は一次粒子の最大粒径に依存するため、造粒しない場合と比べて疲労強度が低下するようなことはない。ここで、二次粒子径を $180\mu\text{m}$ 以下とするのは、二次粒子径が $180\mu\text{m}$ を超えると、薄肉部位への充填性が低下することによる。

なお、粒子径が $75\mu\text{m}$ 以下の金属粉末は、金属粉末をJIS Z8801（標準ふるい）に規定される目開き $75\mu\text{m}$ の篩（200メッシュ）を通すことによって得ることができる。また、 $180\mu\text{m}$ 以下の径に造粒された二次粒子については、目開き $180\mu\text{m}$ の篩（80メッシュ）を通過させることによって得ることができる。

#### 【0015】

焼結材料としての上記粉末混合体には、0.1～1.0%の黒鉛粉末が含まれ、当該黒鉛は、焼結体中に拡散し、固溶強化によって焼結体を強化する作用を有する。このとき、粉末混合体に含まれる黒鉛量が1.0%を超えると、成形体の密度が低下する一方、黒鉛量が0.1%に満たないと、このような作用が十分に発揮されない。したがって、粉末混合体中の黒鉛含有量を粉末混合体全量に対して0.1～1.0%の範囲とすることが必要となる。

## 【0016】

さらに、上記粉末混合体には、当該混合体を構成する粒子間の潤滑性を増して成形性を向上させるために、0.05～0.80%の成形用潤滑剤が含まれる。このとき、当該潤滑剤の含有量が0.05%に満たないと、粉末混合体の粒子同士の潤滑作用が少なくなり、成形体の密度が低下するばかりでなく、成形割れが生じやすくなる。一方、成形用潤滑剤の含有量が0.80%を超えると、当該潤滑剤が潤滑作用を与えるよりも、むしろ粒子の塑性変形を阻害する方向に働くようになるため、成形体の密度が低下し、焼結体密度が低下する。

このような潤滑剤としては、潤滑性を備え、焼結によって飛散するもの、例えば、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸リチウム、ステアリン酸カルシウム等の金属石鹸や、エチレンビスステアロアミド等のワックス類が好適であり、これらを単独、あるいは混合して使用することができる。

## 【0017】

上記粉末混合体の圧縮成形に際しては、当該粉末混合体を、例えば100℃以上の温度に加熱した状態で成形することが、成形体（圧粉体）の緻密化を進めて、粒子間の空孔サイズを縮小し、粒子同士の接触面積を増大させる観点から望ましい。なお、粉末混合体の温度が高すぎると、潤滑剤が溶解して流動性が悪化する傾向があることから、成形時の粉末混合体の上限温度を150℃とすることが好ましい。

また、加熱された粉末混合体の金型への投入に伴う温度低下や、投入してから成形が実施されるまでの間における熱移動などを考慮すると、金型を粉末混合体よりもやや高めの温度、例えば120℃以上に加熱することが望ましい。

## 【0018】

さらに、圧縮成形に際しては、金型の内面に潤滑剤を塗布した状態で成形を行うことが望ましく、これによって粉末混合体に含まれる成形用潤滑剤の量を最小限に抑えることができ、焼結体の緻密化、ひいては高強度化に繋がる。

このような金型用潤滑剤としては、例えばステアリン酸亜鉛、ステアリン酸リチウム、ステアリン酸カルシウムや、エチレンビスステアロアミド等、上記した成形用潤滑剤と基本的に同じものを使用することができるが、後述するような帯

電による潤滑剤の塗布方法を採用する場合には、帯電のしやすさをも考慮することが必要となる。

#### 【0 0 1 9】

このような金型用潤滑剤の塗布に際しては、例えば、固体粉末状の潤滑剤を帯電させた状態で金型内面に噴射することにより、金型内面に帯電付着させることができる。このとき、金型内面に付着させる金型用潤滑剤の付着量は  $5 \sim 100 \text{ g/m}^2$  の範囲とすることが好ましく、潤滑剤の付着量が  $5 \text{ g/m}^2$  未満の場合には、潤滑効果が不足して上記のような効果が得られなくなると共に、成形後の抜き出し力が高くなり、付着量が  $100 \text{ g/m}^2$  を超えた場合には、抜き出した成形体の表面に潤滑剤が残存し、外観不良となる傾向がある。

#### 【0 0 2 0】

そして、上記のような工程によって圧縮成形された圧粉体には、焼結処理が施されることになるが、焼結工程において  $1180^\circ\text{C}$  以上の高温で焼結するようになることが望ましい。すなわち、 $1180^\circ\text{C}$  以上の高温焼結を施すことによって、圧縮工程における緻密化と相俟って、粒子間の拡散がより活発なものとなり、粒子間強度が向上する。

焼結雰囲気としては、エンドサーミックガス雰囲気（RX 雰囲気）、水素を含む窒素ガス雰囲気、アンモニア分解ガス雰囲気、あるいは真空中とするのが好ましい。なお、焼結温度が高いほど、焼結時の拡散が促され、粒子間強度の向上と緻密化に有効であり、焼結体強度が増加するが、焼結温度の上昇は、焼結コストを増加させるため、焼結温度は強度とコストを考慮して適宜選択するのが好ましい。

#### 【0 0 2 1】

以上のようにして得られた焼結体には、さらに強度を向上させるために、必要に応じて熱処理を施すことができる。このような熱処理としては、例えばガス浸炭焼入れ、光輝焼入れ、高周波焼入れなど公知の熱処理を挙げることができる。

#### 【0 0 2 2】

本発明の焼結部材は、粒子径が  $75 \mu\text{m}$  以下の金属粉末に起因する焼結組織、具体的には、金属粉末の最長径が  $100 \mu\text{m}$  である焼結組織を有すると共に、0

、0.5～1.0%のCを含有したものであって、本発明の上記製造方法によって得ることができる。

このとき、焼結組織における金属粉末の最長径が $100\mu\text{m}$ を超えると、空孔径が大きくなって、剥離摩耗の原因となる初期欠陥のサイズが大きくなることとなり、強度や耐摩耗性を確保できなくなる。

#### 【0023】

また、上記焼結部材のC含有量は、金属粉末に含まれるCと、粉末混合体に含まれる黒鉛に由来するものであって、焼結部材のC含有量が0.05%に満たないと所望の強度、耐摩耗性が得られず、逆に1.0%を超えると、硬さが過大なものとなって、割れや脆化の傾向が現れる。なお、焼結時に最大で0.05質量%のCが消失する。

#### 【0024】

このような、焼結部材は、上記のように金属粒子間の空孔サイズが小さく、粒子間の接点数が多く、接触面積の大きい焼結組織を備え、疲労強度と耐摩耗性に優れたものとなり、例えばサイレントチェーン用スプロケットや、コネクティングロッド、ピストンピン、ロッカーアームなどといった内燃機関用強度部材に好適に用いられる。

#### 【0025】

とりわけ、サイレントチェーン用スプロケットの歯部には、サイレントチェーンから高い面圧と共に滑りを伴う激しい衝撃的な負荷が入力されるため、スプロケット側の歯部の摩耗が顕著であり、当該スプロケット歯部の摩耗は、焼結体内部の空孔を起点とし、これらの空孔が連結して亀裂となり、歯部表面から層状に剥離する剥離摩耗であることから、このようなサイレントチェーン用スプロケットに、空孔サイズが小さく、粒子間の接点数及び接触面積が多くて、粒子間強度の高い焼結組織を備えた本発明の焼結部材を適用することが効果的である。

そして、このとき、本発明の上記焼結部材をサイレントチェーンと摺動するスプロケットの歯部、すなわち耐摩耗性向上が求められる部位のみに適用するようになることもでき、歯部以外の部位に安価な材料を用いることによって、スプロケットのコストを削減することができる。例えば、スプロケットの内周側と外周

側の構成する粉末を分け、外周側に位置する歯部には、 $75\mu\text{m}$ 以下の粒子径の金属粉末を用い、内径側には、篩い分けされた粗大粉を使用することによって、原料コストの上昇が抑えられる。

#### 【0026】

また、本発明の焼結部材をコネクティングロッドやピストンピンなどの部材に適用することによって、低コスト化と共に、これら部材の軽量化も可能となり、軽量化によってクランクシャフトジャーナル部への慣性入力が減少し、内燃機関の燃費向上にもつながることになる。

#### 【0027】

##### 【実施例】

以下、本発明を実施例に基づいて具体的に説明する。

#### 【0028】

(回転曲げ疲労試験)

金属粉末として、 $\text{Fe}-4\%\text{Ni}-0.5\%\text{Mo}-1.5\%\text{Cu}$ の組成を有する部分合金化鋼粉を用い、表1に示す量の黒鉛粉末と、成形用潤滑剤としてのエチレンビスステアロアミドとをVブレンダーを用いて混合し、粉末混合体とした。

なお、上記部分合金化鋼粉は、篩により分級して最大粒径を調整したアトマイズ純鉄粉を用い、 $\text{Ni}$ 、 $\text{Mo}$ 及び $\text{Cu}$ 粉末(粒径： $1\sim 10\mu\text{m}$ )を上記組成となるように混合したのち、 $850^\circ\text{C}$ の温度で加熱処理することによって、上記鉄基粉末の周囲に合金用粉末を拡散付着させることによって造粒し、篩によってそれぞれの粒径(二次粒子径)に分級して得たものである。

#### 【0029】

次に、成形用金型を所定温度に予熱し、次いで、この金型内に所定温度に加熱した各粉末混合体を充填し、表1中に示す各温度において、 $686\text{MPa}$ の圧力で圧縮成形し、長さ $80\text{mm}\times$ 巾 $15\text{mm}\times$ 高さ $15\text{mm}$ の成形体とした。

なお、実施例2、3、比較例2～4については、粉末混合体の充填に先立って、金型用潤滑剤としてのステアリン酸亜鉛を金型内面に帯電付着させた。このときの塗布量は、 $10\text{g}/\text{m}^2$ とした。

そして、得られた成形体に、 $\text{N}_2-10\text{vol}\%\text{H}_2$ 雰囲気中において、それ

それぞれの温度で1時間焼結処理を施し、鉄基焼結体とした。

#### 【0030】

これら鉄基焼結体から、平行部径8mm、平行部長さ15.4mmの試験片を機械加工によって切り出し、実施例1及び比較例1に係わる試験片については、900℃×1時間加熱した後、60°の油中に急冷する光輝焼入れを施し、次いで180℃×1時間の焼戻し処理を施した。一方、実施例2～4及び比較例3, 4に係わる試験片については、カーボンポテンシャル0.9%の雰囲気中において900℃×2時間のガス浸炭を施し、60°の油中に焼入れた後、180℃×1時間の焼戻し処理を施した。

#### 【0031】

そして、上記の各熱処理を施した試験片を用いて（比較例2については、熱処理することなくそのまま）、JIS Z 2274に規定される方法に基づいて回転曲げ疲労試験を実施し、負荷サイクルが $10^7$ 以上となる値を回転曲げ疲労強度として評価した。なお、得られた成形体および焼結体について、被測定物をエタノール中に浸漬して体積を測定するアルキメデス法により密度を測定した。

また、実施例3、比較例3, 4について、熱処理後の焼結体を中央部で切断し、樹脂に埋め込んで研磨した試料を用いて焼結組織を光学顕微鏡で観察し、63mm×92mmの観察視野における最も大きい金属粉末の最長径を求めた。これらの結果を表1、図3及び図4に併せて示す。

#### 【0032】

【表 1】

区分	粉 末 混 合 体					圧縮成形時		金型 潤滑	成形体 密 度 (g/cm <sup>3</sup> )	焼結 温度 (°C)	熱処理	焼 結 体			回転曲げ 疲労強度 (MPa)
	金属粉末最長径(μm)		黒鉛量 (%)	潤滑剤 (%)	温度(°C)	金型	密度 (g/cm <sup>3</sup> )					C量 (%)	金属粉末 最長径(μm)		
	一次粒子	二次粒子													
実 施 例	1	45	45	0.9	0.6	100	120	無	7.23	1250	光輝焼入	7.38	0.87	—	450
	2	63	106	0.3	0.2	120	130	有	7.38	1250	浸炭焼入	7.53	0.28	—	560
	3	75	180	0.3	0.3	120	130	有	7.38	1250	浸炭焼入	7.50	0.27	80	550
	4	70	100	0.9	0.5	25	25	無	6.99	1130	浸炭焼入	7.01	0.85	—	440
比 較 例	1	180	180	0.9	0.6	110	120	無	7.27	1250	光輝焼入	7.34	0.88	—	380
	2	180	180	0.9	0.1	100	110	有	7.34	1250	な し	7.41	0.85	—	300
	3	180	180	0.3	0.2	120	130	有	7.38	1250	浸炭焼入	7.45	0.28	150	470
	4	100	100	0.7	1.0	90	100	有	6.90	1250	浸炭焼入	7.01	0.68	130	400

金属粉末成分: Fe-4%Ni-0.5%Mo-1.5%Cu

成形用潤滑剤: エチレンビスステアロアミド

金型用潤滑剤: ステアリン酸亜鉛

## 【 0 0 3 3 】

## (耐摩耗性試験)

上記実施例 1 ～ 4、比較例 1 ～ 4 と同じ材料を用いて、同じ条件のもとに、歯数：42、歯幅：8.4 mm、オーバーピン径：84.88 mm、ゲージピン径：3.492 mm、インボリュート歯形のサイレントチェーン用スプロケットを試作した。

そして、1.8 L 直列 4 気筒のガソリンエンジンを用いて、上記により得られたそれぞれの焼結スプロケットをカムシャフト側に取り付け、クランクシャフトに設けたスプロケットとの間に、ピッチ：6.35 mm、有効幅：10.9 mm の 5 - 4 列サイレントチェーンを掛け渡し、クランク軸を電動モータによって下記条件で駆動した場合における各スプロケットの歯部の摩耗量をそれぞれ測定した。その結果を図 1 及び図 2 に示す。なお、これらの図において、歯部の摩耗量は、実施例 1 の摩耗量を「1」とした場合の相対値によって示した。

## 【 0 0 3 4 】

## 〔耐摩耗性試験条件〕

サイレントチェーン張力：1500 N (片張り)

エンジン (クランクシャフト) 回転数：6000 rpm

試験時間：100 時間

試験用オイル：5W30 SG

試験油温：110℃

## 【 0 0 3 5 】

表 1 及び図 1, 2 に示した結果から明らかなように、一次粒子径が  $75\text{ }\mu\text{m}$  以下で、かつ二次粒子径が  $180\text{ }\mu\text{m}$  以下に造粒した金属粉末を用い、それぞれ所定範囲の量の黒鉛及び成形用潤滑剤を含有する粉末混合体を用いた実施例 1 ～ 4 に係わる焼結部材は、焼結体における金属粉末の最長径が  $100\text{ }\mu\text{m}$  以下となり (一次粒子径が最も大きな実施例 3 の測定結果と、焼結体及び一次粒子における金属粉末最長径間の相関性から類推できる)、いずれも高い疲労強度と優れた耐摩耗性の得られることが確認された。

なお、これら実施例のうち、実施例 4 については、成形時の粉末温度が低く、

しかも金型に潤滑剤を塗布しなかったため、成形体及び焼結体の密度が低くなっていたにもかかわらず、高い疲労強度が得られる結果となっており、粒径が小さいことによる効果が確認できた。

#### 【0036】

これに対して、金属粉末の一次粒子径が大きい比較例 1～2 については、疲労強度が低く、特に耐摩耗性に乏しいことが判明した。なお、比較例 3 の測定結果より、焼結体の金属粉末最長径が  $100\ \mu\text{m}$  を超えることが推測される。また、一次粒子径が大きく、また潤滑剤の添加量が多い比較例 4 については、焼結体の密度が低く、金属粉末最長径が  $100\ \mu\text{m}$  を超えるため、疲労強度が低く、摩耗量も多い結果となった。

なお、比較例 3 については、成形体密度が高いものの、焼結体の金属粉末最長径が  $100\ \mu\text{m}$  を超えるため、疲労強度が成形体密度の小さい実施例 1, 4 並に留まり、耐摩耗性に劣ることが確認された。

#### 【0037】

##### 【発明の効果】

以上、説明してきたように、本発明によれば、微粉の金属粉末を含む混合体を用い、必要に応じて上記金属粉末を所定粒径に造粒したり、粉末混合体を温間で圧縮成形したり、金型に潤滑剤を塗布して成形したり、比較的高温で焼結したりしていることから、圧縮成形や焼結を何度も繰り返すことなく、粒子間の接触面積が大きくて空孔が極めて小さく、高密度で粒子間強度が極めて高い焼結部材を得ることができ、焼結部材の疲労強度及び耐摩耗性を大幅に向上させることができ、例えばサイレントチェーン用スプロケットやコネクティングロッドのような内燃機関用強度部材に好適な焼結部材を安価に提供することができるという極めて優れた効果がもたらされる。

##### 【図面の簡単な説明】

##### 【図 1】

本発明の実施例に係わるサイレントチェーン用スプロケットの耐摩耗性試験結果を示すグラフである。

##### 【図 2】

比較例に係わるサイレントチェーン用スプロケットの耐摩耗性試験結果を示すグラフである。

【図 3】

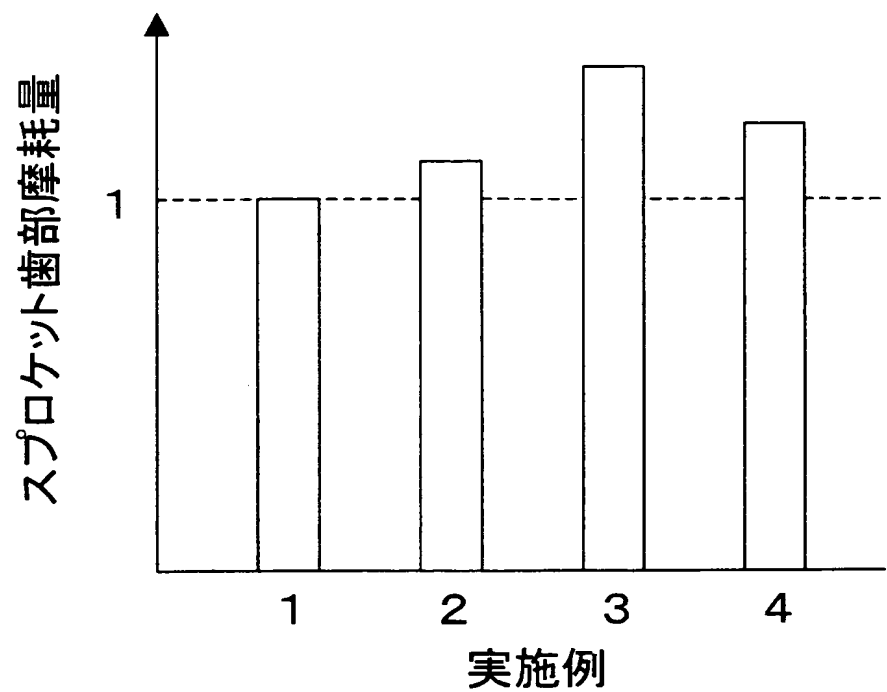
実施例 3 に係わる焼結組織の光学顕微鏡観察結果を示す写真である。

【図 4】

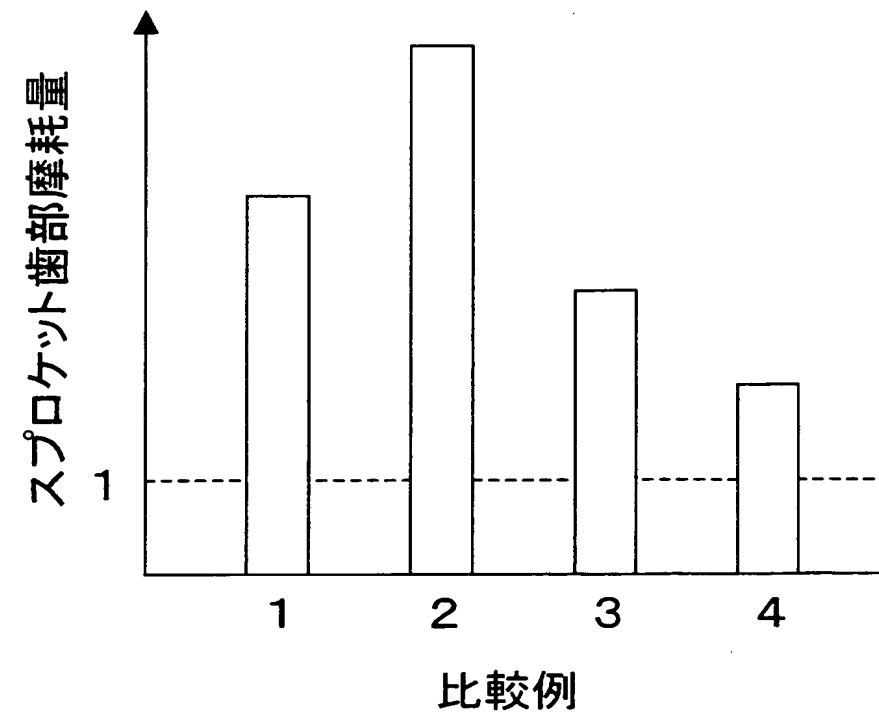
比較例 3 に係わる焼結組織の光学顕微鏡観察結果を示す写真である。

【書類名】 図面

【図 1】

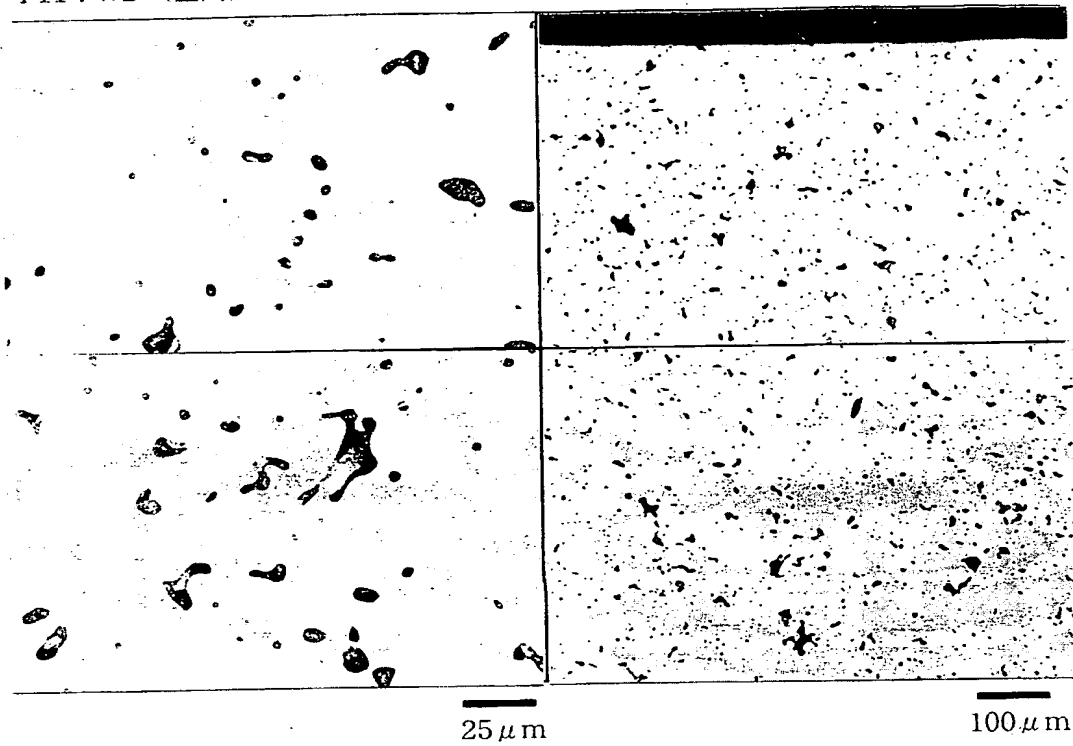


【図 2】



【図 3】

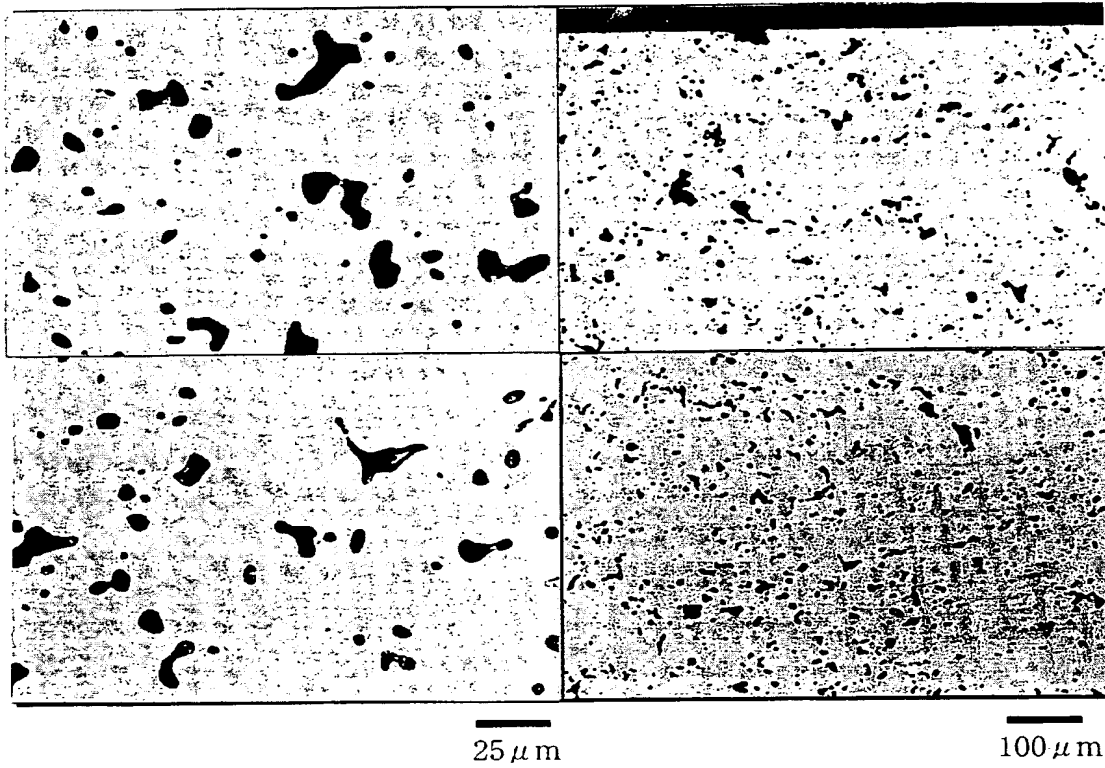
F11: WD (温間金型潤滑成形) 686MPa (7t/cm<sup>2</sup>) 成形



BEST AVAILABLE COPY

【図 4】

K1: WD (温間金型潤滑成形) 686MPa (7t/cm<sup>2</sup>) 成形



BEST AVAILABLE COPY

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 疲労強度及び耐摩耗性に優れ、例えばサイレントチェーン用スプロケット、内燃機関用コネクティングロッド、ピストンピン等に好適に用いられる焼結部材と、このような焼結部材を安価に製造することができる製造方法を提供する。

【解決手段】 粒子径が $75\mu\text{m}$ 以下の金属粉末、望ましくは当該金属粉末を二次粒子径が $180\mu\text{m}$ 以下となるように造粒した金属粉末と、 $0.1\sim 1.0$ 質量%の黒鉛粉末と、 $0.05\sim 0.80$ 質量%の成形用潤滑剤を含有する粉末混合体を、望ましくは $100^\circ\text{C}$ 以上の温度で圧縮成形した後、望ましくは $1180^\circ\text{C}$ 以上の高温で焼結する。

【選択図】 なし

特願 2 0 0 3 - 0 0 9 4 8 3

出 願 人 履 歷 情 報

識別番号 [ 0 0 0 0 0 1 2 5 8 ]

1. 変更年月日 1 9 9 0 年 8 月 1 3 日  
[変更理由] 新規登録  
住 所 兵庫県神戸市中央区北本町通 1 丁目 1 番 2 8 号  
氏 名 川崎製鉄株式会社
2. 変更年月日 2 0 0 3 年 4 月 1 日  
[変更理由] 名称変更  
住所変更  
住 所 東京都千代田区内幸町二丁目 2 番 3 号  
氏 名 J F E スチール株式会社

特願 2 0 0 3 - 0 0 9 4 8 3

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[ 0 0 0 0 0 3 9 9 7 ]

1 . 変更年月日

1 9 9 0 年 8 月 3 1 日

[変更理由]

新規登録

住 所

神奈川県横浜市神奈川区宝町 2 番地

氏 名

日産自動車株式会社